



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I525041 B

(45)公告日：中華民國 105 (2016) 年 03 月 11 日

(21)申請案號：101109323

(22)申請日：中華民國 101 (2012) 年 03 月 19 日

(51)Int. Cl. : C01B33/18 (2006.01)

C01B33/158 (2006.01)

C04B35/626 (2006.01)

(30)優先權：2011/03/23 日本

2011-064451

2011/03/23 日本

2011-064456

(71)申請人：三菱綜合材料股份有限公司 (日本) MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION
(JP)

日本

(72)發明人：植田稔晃 UEDA, TOSHIAKI (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

TW 200922896

JP 6-287012

審查人員：馮俊璋

申請專利範圍項數：13 項 圖式數：8 共 90 頁

(54)名稱

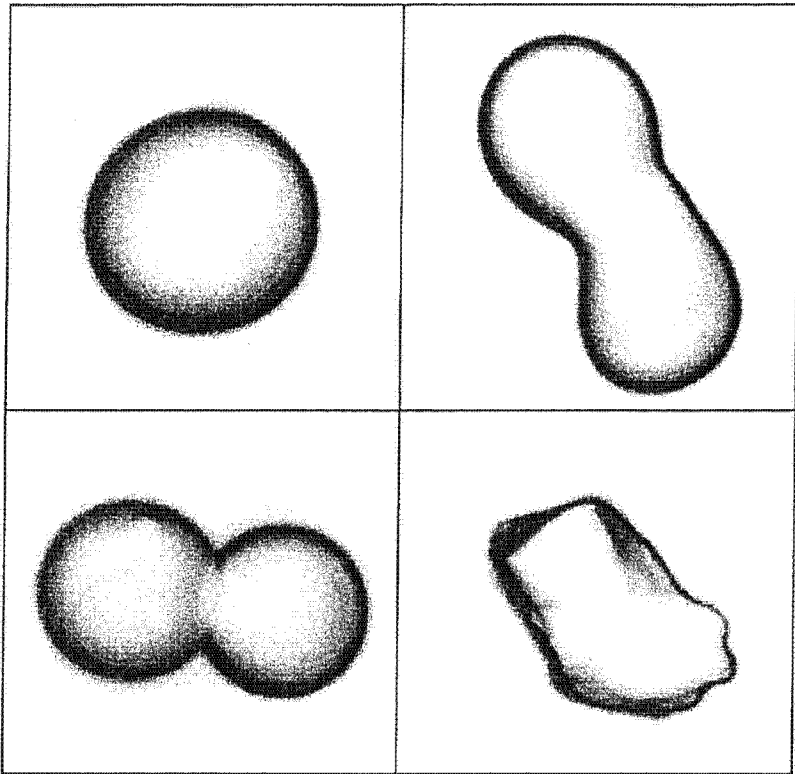
合成非晶質矽石粉末及其製造方法

(57)摘要

本發明之合成非晶質矽石粉末，係將已造粒的矽石粉末施予球狀化處理後，洗淨、乾燥所到平均粒徑 D_{50} 為 10~2000 μm 之合成非晶質矽石粉末；其特徵為將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 2.10~2.20 g/cm^3 、粒子內空間率為 0~0.05、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下。此合成非晶質矽石粉末，由於表面所吸著之氣體成分、粉末內部之氣體成分為少，故使用此粉末所製造的合成矽石玻璃製品，即使是在高溫及減壓之環境下使用，亦可使氣泡之產生或膨脹大幅降低。

指定代表圖：

圖 1



發明專利說明書

公告本

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：101109323

※申請日：101 年 03 月 19 日

※IPC 分類：

C01B 27/18
27/158
C04B 25/616

一、發明名稱：(中文／英文)

合成非晶質矽石粉末及其製造方法

二、中文發明摘要：

本發明之合成非晶質矽石粉末，係將已造粒的矽石粉末施予球狀化處理後，洗淨、乾燥所到平均粒徑 D_{50} 為 10 ~ 2000 μm 之合成非晶質矽石粉末；其特徵為將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 2.10 ~ 2.20 g/cm^3 、粒子內空間率為 0 ~ 0.05、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下。此合成非晶質矽石粉末，由於表面所吸著之氣體成分、粉末內部之氣體成分為少，故使用此粉末所製造的合成矽石玻璃製品，即使是在高溫及減壓之環境下使用，亦可使氣泡之產生或膨脹大幅降低。

三、英文發明摘要：

四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二) 本代表圖之元件代表符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一作為製造在半導體產業等高溫及減壓環境下所使用的配管或坩鍋等合成矽石玻璃製品之原料為合適的高純度合成非晶質矽石粉末，及其製造方法。

【先前技術】

以往，半導體用途之單晶製造時所使用的坩鍋或治具類，為將天然石英或矽砂藉由進行粉碎、精煉，並將所得到的石英粉作為原料而製造。惟，天然石英或矽砂含有各種的金屬雜質，即使是進行上述精煉處理，亦因無法將金屬雜質完全予以去除，故在純度上無法成為能充分滿足者。又，隨著半導體之高積體化進展，對於成為材料之單晶的品質要求提高，該單晶製造時所使用的坩鍋或治具類亦變成希望為高純度品。因此，取代天然石英或矽砂，以高純度合成非晶質矽石粉末作為原料之合成矽石玻璃製品被受矚目。

作為製造此高純度合成非晶質矽石粉末之方法，已有揭示著：以水將高純度四氯化矽水解，將生成的矽石凝膠予以乾燥、整粒、鍛燒而得到合成非晶質矽石粉末之方法（參考例如專利文獻 1）。又，揭示著：將矽酸酯等烷氧矽烷在酸及鹼之存在下進行水解使其凝膠化，藉由將得到的凝膠予以乾燥、粉碎後、鍛燒而得到合成非晶質矽石粉末之方法（參考例如專利文獻 2，3）。以上述專利文獻 1

～3 中所記載之方法所製造的合成非晶質矽石粉末，與天然石英或矽砂相比時為高純度，可將自此等作為原料所製造的坩鍋或治具類等合成矽石玻璃製品之雜質混入降低或高性能化。

〔先前技術文獻〕

〔專利文獻〕

[專利文獻 1]特公平 4-75848 號公報（申請專利範圍第 1 項）

[專利文獻 2]特開昭 62-176929 號公報（申請專利範圍第 1 項）

[專利文獻 3]特開平 3-275527 號公報（第 2 頁左下欄第 7 行～第 3 頁左上欄第 6 行）

【發明內容】

〔發明所欲解決的課題〕

然而，以上述專利文獻 1～3 所記載之方法所製造的合成非晶質矽石粉末作為原料所製造之合成矽石玻璃製品，當合成矽石玻璃製品所使用的環境為高溫及減壓之環境下時，會產生氣泡或膨脹，具有所謂使該合成矽石玻璃製品之性能大幅降低之缺點。

例如，矽單晶拉製用坩鍋為在 1500℃ 附近及 7000Pa 附近之高溫及減壓環境下所使用，因前述之氣泡之產生或膨脹，坩鍋之性能大幅度降低，已成為左右拉製單晶品質之問題。

對於在如此般之上述高溫及減壓之環境下使用所產生之問題，可考量之對應為對於藉由四氯化矽之水解所得到的合成非晶質矽石粉末施予熱處理，藉由使合成非晶質矽石粉末中羥基及氯之濃度分別減少；又，對於藉由烷氧矽烷之溶膠凝膠法所得到的合成非晶質矽石粉末施予熱處理，藉由使合成非晶質矽石粉末中羥基及碳之濃度分別減少，來降低合成非晶質矽石粉末中可能成為氣體成分之雜質濃度。

惟，即使是上述之對應，仍無法充分地抑制在高溫及減壓之環境下所使用的合成矽石玻璃製品之氣泡之產生或膨脹。

本發明之目的為克服如此般之上述以往課題，提供一即使是在高溫及減壓之環境下使用，亦適合作為氣泡之產生或膨脹少之合成矽石玻璃製品之原料的合成非晶質矽石粉末，及其製造方法。

〔解決課題之手段〕

本發明之第 1 觀點，為一種合成非晶質矽石粉末，其係將已造粒的矽石粉末施予球狀化處理後，經洗淨、乾燥所到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 2000 \mu\text{m}$ 之合成非晶質矽石粉末，其特徵為將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20 \text{ g/cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60

以下。

本發明之第 2 觀點為基於第 1 觀點之發明，進一步，若於施予球狀化處理前，為將已造粒的矽石粉末鍛燒之合成非晶質矽石粉末時，碳濃度未滿 2ppm 或氯濃度未滿 2ppm 之任何一方，或滿足其雙方。

本發明之第 3 觀點為基於第 2 觀點之發明，進一步，已造粒的矽石粉末為將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末；其碳濃度未滿 2ppm。

本發明之第 4 觀點為基於第 2 觀點之發明，進一步，已造粒的矽石粉末為將有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末；其氯濃度未滿 2ppm。

本發明之第 5 觀點為基於第 2 觀點之發明，進一步，已造粒的矽石粉末為使用熱解矽石（fumed silica）使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末；其碳濃度未滿 2ppm、氯濃度未滿 2ppm。

本發明之第 6 觀點為一種合成非晶質矽石粉末之製造方法，其特徵為依序含有以下之步驟：使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu m$ 之矽石粉末之造粒步驟、與以指定之供給速度將上述造粒步驟所得

到的矽石粉末投入於以指定之流量導入氬而以指定之高周波輸出產生電漿之電漿炬內，以由 2000°C 至二氧化矽之沸點之溫度進行加熱，藉由使熔融之熱電漿之球狀化步驟、與將上述球狀化步驟後之球狀化矽石粉末表面所附著之微粉除去之洗淨步驟、與將上述洗淨步驟後之矽石粉末乾燥之乾燥步驟；將上述球狀化步驟之氬之流量調整為 50L/min 以上，且將高周波輸出（ W ）作為 A 、矽石粉末之供給速度（ kg/hr ）作為 B 時，將 A/B （ $W \cdot \text{hr/kg}$ ）之值以調整成為 3.0×10^3 以上、未滿 1.0×10^4 般來進行，得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 2000\mu\text{m}$ 、將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20\text{g/cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下之合成非晶質矽石粉末。

本發明之第 7 觀點為基於第 6 觀點之發明，進一步，造粒步驟為將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000\mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟。

本發明之第 8 觀點為基於第 6 觀點之發明，進一步，造粒步驟為將有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000\mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟。

本發明之第 9 觀點為基於第 6 觀點之發明，進一步，造粒步驟為使用熱解矽石使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟。

本發明之第 10 觀點為一種合成非晶質矽石粉末之製造方法，其特徵為依序含有以下之步驟：使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級得到 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu\text{m}$ 之矽石粉末之造粒步驟、與將上述造粒步驟所得到的矽石粉末以 $800 \sim 1450^\circ\text{C}$ 之溫度進行鍛燒之鍛燒步驟、與以指定之供給速度將上述鍛燒步驟所得到的矽石粉末投入於以指定之流量導入氬而以指定之高周波輸出產生電漿之電漿炬內，以由 2000°C 至二氧化矽之沸點之溫度進行加熱，藉由使熔融之熱電漿之球狀化步驟、與將上述球狀化步驟後之球狀化矽石粉末表面所附著之微粉除去之洗淨步驟、與將上述洗淨步驟後之矽石粉末乾燥之乾燥步驟；將上述球狀化步驟之氬之流量調整為 $50\text{L}/\text{min}$ 以上，且將高周波輸出 (W) 作為 A 、矽石粉末之供給速度 (kg/hr) 作為 B 時，將 A/B ($W \cdot \text{hr}/\text{kg}$) 之值以調整成為 3.0×10^3 以上、未滿 1.0×10^4 般來進行，得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 2000 \mu\text{m}$ 、將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20 \text{g}/\text{cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下，且為碳濃度未滿

2ppm 或氯濃度未滿 2ppm 之任何一方，或滿足其雙方之合成非晶質矽石粉末。

本發明之第 11 觀點為基於第 10 觀點之發明，進一步，造粒步驟若為將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟時，所得到的合成非晶質矽石粉末之碳濃度未滿 2ppm。

本發明之第 12 觀點為基於第 10 觀點之發明，進一步，造粒步驟若為將有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟時，所得到的合成非晶質矽石粉末之氯濃度未滿 2ppm。

本發明之第 13 觀點為基於第 10 觀點之發明，進一步，造粒步驟若為使用熱解矽石使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟時，所得到的合成非晶質矽石粉末碳濃度未滿 2ppm、氯濃度未滿 2ppm。

〔發明效果〕

本發明之第 1 觀點之合成非晶質矽石粉末，其係將已造粒之矽石粉末施予球狀化處理後，經洗淨、乾燥所得到

平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 2000 \mu\text{m}$ 之合成非晶質矽石粉末；將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所算出之理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20 \text{ g/cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下。因此，只要是使用此合成非晶質矽石粉末所製造的合成矽石玻璃製品時，原料粉末表面所吸著之氣體成分變少，又因為粉末內部氣體成分變少之關係，可降低氣泡之產生或膨脹。

本發明之第 2 觀點之合成非晶質矽石粉末，其係將已造粒之矽石粉末鍛燒後，為已施予球狀化處理之合成非晶質矽石粉末；為碳濃度未滿 2ppm 或氯濃度未滿 2ppm 之任何一方，或滿足其雙方。因此，只要使用此合成非晶質矽石粉末所製造的合成矽石玻璃製品時，原料粉末表面所吸著之氣體成分變少，又因為粉末內部氣體成分變少之關係，可降低氣泡之產生或膨脹。特別是，此合成非晶質矽石粉末為在施予球狀化處理前進行鍛燒，表面所吸著之氣體成分、粉末內部之氣體成分極少，可更提高在上述合成矽石玻璃製品之氣泡之產生或膨脹之降低效果。

本發明之第 3 觀點之合成非晶質矽石粉末，已造粒的矽石粉末為將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末；達成碳濃度未滿 2ppm。

此合成非晶質矽石粉末，係使四氯化矽在液中反應，

並藉由使用該反應所得到者來作為原料粉末之矽石粉末，由於抑制碳濃度，故可提高在上述合成矽石玻璃製品之氣泡之產生或膨脹之降低效果。

本發明之第 4 觀點之合成非晶質矽石粉末，已造粒的矽石粉末為將有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末；達成氮濃度未滿 2ppm。

此合成非晶質矽石粉末，係藉由使用由四甲氧矽烷等之有機系矽化合物所得到者來作為原料粉末之矽石粉末，由於抑制氮濃度，故可提高在上述合成矽石玻璃製品之氣泡之產生或膨脹之降低效果。

本發明之第 5 觀點之合成非晶質矽石粉末，已造粒的矽石粉末為使用熱解矽石使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末；達成碳濃度未滿 2ppm、氮濃度未滿 2ppm。

此合成非晶質矽石粉末，係藉由使用熱解矽石來作為原料粉末之矽石粉末，相較於使氮系矽化合物在液中反應所得到者或由四甲氧矽烷等之有機系矽化合物所得到者，在作為原料粉末使用時，由於可進一步抑制碳濃度及氮濃度，可更提高在上述合成矽石玻璃製品之氣泡之產生或膨脹之降低效果。

本發明之第 6～第 9 觀點之合成非晶質矽石粉末之製造方法，其係例如將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠、

或將四甲氧矽烷等之有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠、或使用熱解矽石使生成矽石質之凝膠。然後，其特徵為依序含有以下之步驟：將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級得到所希望平均粒徑之矽石粉末之造粒步驟、與以指定之供給速度將上述造粒步驟所得到的矽石粉末投入於以指定之流量導入氫而以指定之高周波輸出產生電漿之電漿炬內，以由 2000°C 至二氧化矽之沸點之溫度進行加熱，藉由使熔融之熱電漿之球狀化步驟、與將上述球狀化步驟後之球狀化矽石粉末表面所附著之微粉除去之洗淨步驟、與將上述洗淨步驟後之矽石粉末乾燥之乾燥步驟；將上述球狀化步驟之氫之流量調整為 50L/min 以上，且將高周波輸出（ W ）作為 A 、矽石粉末之供給速度（ kg/hr ）作為 B 時，將 A/B （ $W \cdot \text{hr/kg}$ ）之值以調整成為 3.0×10^3 以上、未滿 1.0×10^4 般來進行，得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 2000\mu\text{m}$ 、將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20\text{g/cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下之合成非晶質矽石粉末。經由上述步驟，不可避免之氣體吸著量為少，又因為粉末內部之氣體成分少之關係，可簡便地製造能適合於作為合成矽石玻璃製品之原料所使用的合成非晶質矽石粉末。

本發明之第 10～第 13 觀點之合成非晶質矽石粉末之製造方法，其係例如將四氯化矽水解使生成矽石質之凝

膠、或將四甲氧矽烷等之有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠、或使用熱解矽石使生成矽石質之凝膠。然後，其特徵為依序含有以下之步驟：將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級得到所希望平均粒徑之矽石粉末之造粒步驟、與將上述造粒步驟所得到的矽石粉末以 $800 \sim 1450^{\circ}\text{C}$ 之溫度進行鍛燒之鍛燒步驟、與以指定之供給速度將上述鍛燒步驟所得到的矽石粉末投入於以指定之流量導入氬而以指定之高周波輸出產生電漿之電漿炬內，以由 2000°C 至二氧化矽之沸點之溫度進行加熱，藉由使熔融之熱電漿之球狀化步驟、與將上述球狀化步驟後之球狀化矽石粉末表面所附著之微粉除去之洗淨步驟、與將上述洗淨步驟後之矽石粉末乾燥之乾燥步驟；將上述球狀化步驟之氬之流量調整為 50L/min 以上，且將高周波輸出（W）作為 A、矽石粉末之供給速度（ kg/hr ）作為 B 時，將 A/B （ $\text{W} \cdot \text{hr/kg}$ ）之值以調整成為 3.0×10^3 以上、未滿 1.0×10^4 般來進行，得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 2000\mu\text{m}$ 、將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20\text{g/cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下，且為碳濃度未滿 2ppm 或氬濃度未滿 2ppm 之任何一方，或滿足其雙方之合成非晶質矽石粉末。經由上述步驟，不可避免之氣體吸著量為少，又因為粉末內部之氣體成分少之關係，可簡便地製造能適合於作為合成矽石玻璃

製品之原料所使用的合成非晶質矽石粉末。特別是，此製造方法為在球狀化處理步驟前藉由設置以指定條件之鍛燒步驟，可使表面所吸著之氣體成分、粉末內部之氣體成分成為極少，可製造在上述合成矽石玻璃製品之氣泡之產生或膨脹之降低效果為更高的合成非晶質矽石粉末。

〔實施發明的最佳型態〕

接著將用來實施本發明之型態根據圖面來進行說明。

本發明第 1 實施型態之合成非晶質矽石粉末為將已造粒之矽石粉末施予球狀化處理後，藉由洗淨、乾燥所得。其中，其特徵為將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20 \text{ g/cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下。

又，本發明第 2 實施型態之合成非晶質矽石粉末為將已造粒之矽石粉末鍛燒後，為已施予球狀化處理之合成非晶質矽石粉末。因此，為碳濃度未滿 2ppm 或氮濃度未滿 2ppm 之任何一方，或滿足其雙方。

作為在高溫及減壓下之矽單晶拉製用坩鍋等合成合成矽石玻璃製品會產生氣泡或膨脹之主原因，可能是製品製造時所使用的原料粉末表面上所吸著之氣體。即，在製造合成矽石玻璃製品時，在其一步驟之熔融之際，原料粉末表面上所吸著的氣體成分會脫離。然後，此氣體成分殘留

於合成矽石玻璃製品中，此為成為氣泡之產生或膨脹之原因。

成為合成矽石玻璃製品之原料之矽石粉末，因通常為經由粉碎步驟，所以含有多數如圖 7 所示之不定形（粉碎粉形狀）粒子。因此，比表面積變大，可能因而使不可避免之氣體吸著量變大。

在此，本發明之合成非晶質矽石粉末為藉由對於粉末施予球狀化處理，使 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所算出之理論比表面積之值成為上述範圍者。所謂的 BET 比表面積為藉由 BET 3 點法所測定之值。又，粒子之理論比表面積為假定粒子為真圓體、表面為平滑之情形時，由下式（1）所算出。尚，式（1）中 D 示為粒子之直徑， ρ 示為真密度。

$$\text{理論比表面積} = 6 / (D \times \rho) \quad (1)$$

本說明書中，所謂的粉末理論比表面積，為在上述式（1）中將 D 以粉末之平均粒徑 D_{50} 、 ρ 以真密度 2.20 g/cm^3 作為假定時，由理論真密度所算出之值。即，粉末之理論比表面積為由下式（2）所算出。

$$\text{粉末之理論比表面積} = 2.73 / D_{50} \quad (2)$$

將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所算出之理論比表面積之值若變大時，比表面積會變大，不可避免之氣體吸著量會變大。此值若為 1.35 以下時，石英坩鍋等之合成矽石玻璃製品之成形性會降低。另一方面，若超過 1.75 時，氣泡之產生或膨脹之降低效果為小。之中，將 BET 比

表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值，較佳為 1.40～1.60 之範圍。

又，合成非晶質矽石粉末之圓形度為 0.50 以上 0.75 以下。圓形度為當越接近 1.00 時，意味著粉末粒子越接近真圓之意，藉由下式（3）所算出。

$$\text{圓形度} = 4\pi S / L^2 \quad (3)$$

式（3）中， S 示為攝影之粒子投影圖之面積， L 示為粒子投影圖之周長。本說明書中，所謂的粉末之圓形度，為由上述式（3）所算出 200 個粉末粒子之平均值。粉末之圓形度若未滿 0.50 時，氣泡之產生或膨脹之降低效果為小。又，粉末之圓形度若超過 0.75 時，石英坩鍋等之合成矽石玻璃製品之成形性會降低。之中，粉末之圓形度較佳為 0.60～0.70 之範圍。又，合成非晶質矽石粉末之未熔解率，為較 0.25 為大但為 0.60 以下。所謂的粉末之未熔解率，為在前述 200 個粉末粒子之粒子投影圖中，顯示所含有陵角的粉末粒子之比例。未熔解率若為 0.25 以下時，石英坩鍋等之合成矽石玻璃製品之成形性會降低。另一方面，未熔解率若較 0.60 為大時，氣泡之產生或膨脹之降低效果為小。之中，粉末之未熔解率較佳為 0.30～0.40 之範圍。

又，若著眼於合成非晶質矽石粉末之 1 個粒子時，較佳為粒子內不存在空孔或封閉之裂縫等內部空間。即，在合成非晶質矽石粉末之內部若有空間存在時，會成為合成矽石玻璃製品中氣泡之產生或膨脹原因之故。因此，真

密度為 2.10g/cm^3 以上，較佳為 $2.15\sim 2.20\text{g/cm}^3$ 。所謂的真密度，指為依據 JIS R7212 碳塊之測定方法（d）真比重測定，進行真密度測定 3 次，取此平均值。又，粒子內空間率為 0.05 以下，較佳為 0.01 以下。所謂的粒子內空間率，為對於 50 個粉末粒子藉由 SEM（掃描型電子顯微鏡）觀察剖面之際，將粒子之剖面積，與如果在粒子內有空間時測定其空間之面積，由下式（4）所算出值之平均值。

粒子內空間率 = 粒子內空間總面積 / 粒子剖面總面積（4）

又，合成非晶質矽石粉末之平均粒徑 D_{50} 為 $10\sim 2000\mu\text{m}$ ，較佳為 $50\sim 1000\mu\text{m}$ 之範圍內。若未滿下限值時，粉末粒子間之空間為小，因為存在於此空間中之氣體難以去除，小的氣泡容易殘留；另一方面，若超過上限值時，粉末粒子間之空間會過大，因此大的氣泡容易殘留。之中，平均粒徑 D_{50} 特佳為 $80\sim 600\mu\text{m}$ 之範圍內。尚，本說明書中，所謂的平均粒徑 D_{50} ，指為測定 3 次體積基準之粒子分布之中央值，取此平均值。合成非晶質矽石粉末之體密度較佳為 1.00g/cm^3 以上。若未滿下限值時，粉末粒子間之空間會過大，大的氣泡容易殘留；另一方面，超過上限值時，因粉末粒子間之空間為小，存在於此空間中之氣體難以去除，小的氣泡容易殘留之故。之中，體密度特佳為 $1.20\sim 1.50\text{g/cm}^3$ 範圍內。

為使粉末之熔融性均一，在使用 $\text{CuK}\alpha$ 線以粉末 X 線折射法進行測定時，較佳為無法確認到折射波峰為寬廣之

結晶質矽石粉末之粉末。非晶質與結晶質之矽石在熔融時之舉動為相異，結晶質矽石之熔融會有較遲開始之傾向。因此，使用非晶質與結晶質矽石混合存在之合成非晶質矽石粉末，於進行合成矽石玻璃製品等之製造時，因而容易在合成矽石玻璃製品中殘留氣泡。

為了使合成矽石玻璃製品之雜質混入降低或高性能化，合成非晶質矽石粉末之雜質濃度，以氫原子除外的 1A 族、2A～8 族、1B～3B 族、碳及矽除外的 4B 族、5B 族、氧除外的 6B 族、氯除外的 7B 族之濃度較佳為未滿 1ppm。之中，此等雜質濃度特佳為未滿 0.05ppm。又，為抑制高溫及減壓下合成矽石玻璃製品中氣泡之產生或膨脹，較佳為可能成為氣體成分之羥基為 60ppm 以下、氯濃度為 5ppm 以下、碳濃度為 5ppm 以下。

特別是，本發明第 2 實施型態之合成非晶質矽石粉末為藉由在施予球狀化處理前進行鍛燒，表面所吸著之氣體成分、粉末內部之氣體成分成為極少，可更提高在合成矽石玻璃製品之氣泡之產生或膨脹之降低效果。即，藉由對於已造粒之矽石粉末以指定之條件進行鍛燒，可達成碳濃度未滿 2ppm 或氯濃度未滿 2ppm 之任何一方，或滿足其雙方。

接著，已造粒之矽石粉末，即原料粉末，若為將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末時，在球狀化處理前以指定之條件進行鍛燒，碳濃度會

成爲未滿 2ppm。此因上述矽石粉末相較於使用四甲氧矽烷等之有機系矽化合物所得到的矽石粉末碳濃度爲低之關係，將此使用作爲原料粉末所得到的合成非晶質矽石粉末，殘留碳濃度相對地被降低了。

又，已造粒之矽石粉末，若爲將有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末時，在球狀化處理前以指定之條件進行鍛燒，氯濃度會成爲未滿 2ppm。因爲上述矽石粉末相較於使氯系矽化合物在液中反應所得到的矽石粉末氯濃度爲低之關係，將此使用作爲原料粉末所得到的合成非晶質矽石粉末，殘留氯濃度相對地被降低了。

又，已造粒之矽石粉末，若爲使用熱解矽石使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末時，在球狀化處理前以指定之條件進行鍛燒，達成碳濃度未滿 2ppm、氯濃度未滿 2ppm。將氯系矽化合物在液中反應所得到的矽石粉末作爲原料粉末，並使用其所得到的合成非晶質矽石粉末，殘留氯濃度相對地容易變高。又，使用有機系矽化合物作爲原料粉末所得到的合成非晶質矽石粉末，殘留碳濃度相對地容易變高。另一方面，因熱解矽石較上述 2 種矽石粉末於氯濃度、碳濃度均爲低之關係，使用熱解矽石作爲原料粉末所得到的合成非晶質矽石粉末，氯濃度、碳濃度之雙方被極度地降低。因此，亦可更提高在上述合成

矽石玻璃製品之氣泡之產生或膨脹之降低效果。

本發明之合成非晶質矽石粉末，在施予球狀化處理後，藉由洗淨、乾燥，如圖 1 或圖 2 所示，為含有多數熔融且已球狀化之粒子為複數凝集之粒子。如此地，因本發明之合成非晶質矽石粉末為含有多數已凝集之粒子之關係，故粉末之圓形度、未熔解率顯示在如上述範圍，雖然並非一定是含有多數接近真圓的粒子，但藉由以熔融來使粉末表面變得平滑，而降低了不可避免之氣體之吸著量。尚，關於熔融且已球狀化之粒子為複數凝集之粒子，在本說明書，已凝集之粒子 1 個為構成 1 粒子。

接著，對於本發明之合成非晶質矽石粉末之製造方法進行說明。本發明第 1 實施型態之合成非晶質矽石粉末之製造方法為如圖 3 所示，為將成為原料之矽石粉末施予球狀化處理後，藉由洗淨、乾燥所得。又，本發明第 2 實施型態之合成非晶質矽石粉末之製造方法為如圖 4 所示，將成為原料之矽石粉末鍛燒，將此已鍛燒之矽石粉末施予球狀化處理後，藉由洗淨、乾燥所得。以下為針對各步驟詳細說明。

成為本發明之合成非晶質矽石粉末原料之矽石粉末，例如藉由以下之方法所得。作為第 1 方法，首先相對於四氯化矽 1mol，準備相當於 45~80mol 量之超純水。將準備好的超純水置入容器內，在氮、氬等氣氛下，一邊將溫度保持在 20~45℃ 一邊攪拌，添加四氯化矽使水解。自添加四氯化矽後持續攪拌 0.5~6 小時，使生成矽石質之凝

膠。此時，攪拌速度較佳以 $100 \sim 300 \text{ rpm}$ 之範圍。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此放入乾燥機，乾燥機內較佳以 $10 \sim 20 \text{ L/min}$ 之流量一邊流通氮、氬等，一邊以 $200^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 之溫度使乾燥 $12 \sim 48$ 小時得到乾燥粉。之後，將此乾燥粉自乾燥機取出，使用輥筒壓碎機等粉碎機進行粉碎。使用輥筒壓碎機時，以輥筒間隙 $0.2 \sim 2.0 \text{ mm}$ 、輥筒回轉數 $3 \sim 200 \text{ rpm}$ 之適當調整予以進行。最後，將已粉碎的乾燥粉藉由使用震動篩等進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu\text{m}$ 、較佳為 $70 \sim 1300 \mu\text{m}$ 之矽石粉末。

作為第 2 方法，相對於作為有機系矽化合物之四甲氧矽烷 1 mol ，準備超純水 $0.5 \sim 3 \text{ mol}$ 、乙醇 $0.5 \sim 3 \text{ mol}$ 。將準備好的超純水、乙醇置入容器內，在氮、氬等氣氛下，一邊將溫度保持在 60°C 一邊攪拌，添加四甲氧矽烷使水解。自添加四甲氧矽烷後攪拌 $5 \sim 120$ 分鐘後，相對於四甲氧矽烷 1 mol 更添加 $1 \sim 50 \text{ mol}$ 之超純水，持續攪拌 $1 \sim 12$ 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度較佳以 $100 \sim 300 \text{ rpm}$ 之範圍。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此放入乾燥機，乾燥機內較佳以 $10 \sim 20 \text{ L/min}$ 之流量一邊流通氮、氬等，一邊以 $200^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 之溫度使乾燥 $6 \sim 48$ 小時得到乾燥粉。之後，將此乾燥粉自乾燥機取出，使用輥筒壓碎機等粉碎機進行粉碎。使用輥筒壓碎機時，以輥筒間隙 $0.2 \sim 2.0 \text{ mm}$ 、輥筒回轉數 $3 \sim 200 \text{ rpm}$ 之適當調整予以進行。最後，將已粉碎的乾燥粉藉由使用

震動篩等進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $10\sim3000\mu\text{m}$ 、較佳為 $70\sim1300\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

作為第 3 方法，首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.007\sim0.030\mu\text{m}$ 、比表面積為 $50\sim380\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 $3.0\sim35.0\text{mol}$ 。將準備好的超純水置入容器內中，在氮、氬等氣氛下，一邊將溫度保持在 $10\sim30^\circ\text{C}$ ，一邊攪拌添加熱解矽石。自添加熱解矽石後持續攪拌 $0.5\sim6$ 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度較佳以 $10\sim50\text{rpm}$ 之範圍。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此放入乾燥機，乾燥機內較佳以 $1\sim20\text{L}/\text{min}$ 之流量一邊流通氮、氬等，一邊以 $200^\circ\text{C}\sim300^\circ\text{C}$ 之溫度使乾燥 $12\sim48$ 小時得到乾燥粉。之後，將此乾燥粉自乾燥機取出，使用輥筒壓碎機等粉碎機進行粉碎。使用輥筒壓碎機時，以輥筒間隙 $0.5\sim2.0\text{mm}$ 、輥筒回轉數 $3\sim200\text{rpm}$ 之適當調整予以進行。最後，藉由將已粉碎的乾燥粉使用震動篩等進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $10\sim3000\mu\text{m}$ 、較佳為 $70\sim1300\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

對於如此般所造粒、得到的矽石粉末，以後述之條件來進行球狀化處理，但本發明第 2 實施型態之合成非晶質矽石粉末之製造方法，為在此球狀化處理前，如圖 4 所示，以指定之條件進行鍛燒。此鍛燒為使用耐熱性玻璃或石英製容器，在大氣或氮氣氛中，以 $800\sim1450^\circ\text{C}$ 之溫度進行。藉由在球狀化處理步驟之前設置鍛燒步驟，可使表面所吸著之氣體成分、粉末內部之氣體成分成為極少。又，

由熱解矽石所造粒之粉末因為具有奈米尺寸的閉合孔，若對此粉末施以予球狀化處理時，粒子內會殘留空孔。因此，藉由對於球狀化處理前之由熱解矽石所造粒之粉末進行鍛燒，可使上述奈米尺寸的閉合孔消失。鍛燒溫度若未滿下限值時，將無法充分得到藉由鍛燒之雜質之降低效果、或使熱解矽石之閉合孔消失之效果。另一方面，鍛燒溫度若超過上限值時，粉末間會固著產生不良。

以上述第 1～第 3 方法所得到的矽石粉末或此粉末為已以上述條件進行鍛燒的矽石粉末，其球狀化為藉由熱電漿來進行球狀化處理。藉由熱電漿之球狀化處理，例如可使用如圖 5 所示裝置。此裝置 30 為具備使電漿產生之電漿炬 31，與設置於此電漿炬 31 之下部之反應筒之反應室 32，與設置於此反應室 32 之下部之將處理後粉末進行回收之回收部 33。電漿炬 31，與反應室 32 為連通之頂部具有已密封之石英管 34 與將此石英管 34 迴捲之高周波誘導線圈 36。在石英管 34 之上部設置有貫通的原料供給管 37，且接續有氣體導入管 38。在反應室 32 之側部設置有氣體排氣口 39。電漿炬 31 為將電通電於高周波誘導線圈 36 時，會產生電漿 40，由氣體導入管 38 將氫、氧等氣體供給於石英管 34 中。原料粉末為介由原料供給管 37 供給於電漿 40 中。又，反應室 32 內之氣體為從設置於反應室 32 側部之氣體排氣口 39 被排氣。首先，由裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氫以 50L/min 以上、較佳為 65～110L/min 之流量導入，外加周波數 2～3MHz、輸出 90～

180kW 之高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧以 35~130L/min 之流量徐徐導入，使產生氬-氧電漿。接著，將以上述第 1~第 3 方法所得到的矽石粉末由原料供給管 37 以供給速度 9.0~53.0kg/hr，投入於氬-氧電漿中使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，可得到已球狀化之矽石粉末 41。合成非晶質矽石粉末之圓形度或未溶解率等之調整，可藉由調整氬之流量或高周波輸出、矽石粉末之供給速度等來進行。例如，將氬之流量調整為 50L/min 以上，且於上述範圍之中，將高周波輸出（W）作為 A、矽石粉末之供給速度（kg/hr）作為 B 時，藉由將高周波輸出 A 及矽石粉末之供給速度 B 以 A/B （W·hr/kg）之值為成為 3.0×10^3 以上、未滿 1.0×10^4 般進行調整，可得到所希望之圓形度、未溶解率。

球狀化處理後之矽石粉末，因在氬-氧電漿中蒸發的矽石粉末之微粉會附著在其表面，將球狀步驟後之球狀化矽石粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨後，此矽石粉末之微粉因為會在超純水中移動，以粗篩目的濾網進行過濾。重複進行此作業直到矽石粉末之微粉沒有為止。

在洗淨步驟後之矽石粉末之乾燥，首先，將粉末置入於乾燥用容器中，將此乾燥用容器放入乾燥機內。之後，乾燥機內較佳為將氮、氬等一邊以 1~20L/min 之流量流通，一邊藉由以 100℃~400℃ 之溫度保持 3~48 小時間保

持來進行。

藉由以上之步驟，可得到本發明之合成非晶質矽石粉末。此合成非晶質矽石粉末為不可避免之氣體吸著量少，可適合來作為合成矽石玻璃製品之原料使用。特別是，本發明第 2 實施型態之製造方法，在球狀化處理步驟前設置以指定條件之鍛燒步驟，可使表面所吸著之氣體成分、粉末內部之氣體成分成為極少。

【實施方式】

〔實施例〕

以下，伴隨著比較例將本發明之實施例進行詳細之說明。

< 實施例 1 >

首先，對於四氯化矽 1mol 準備相當於 55.6mol 量之超純水。將此超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25℃ 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯化矽後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 150rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 15L/min 之流量流通氮，一邊以 250℃ 溫度下使乾燥 18 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm、輥筒回轉數為 50rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 100 μ m 及篩

網距 $150\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $127\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，將上述所得到的矽石粉末在未進行鍛燒下施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $50\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200°C 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 實施例 2 >

首先，對於四甲氧矽烷 1mol 準備超純水 1mol 、乙醇 1mol 。將準備好的超純水、乙醇置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 60°C 一邊攪拌，一邊添加四甲氧矽烷使水解。在添加四甲氧矽烷攪拌 60 分鐘後，相對於四甲氧矽烷 1mol 更添加 25mol 之超純水，持續攪拌 6 小時，使生

成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 100rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊以 200℃ 溫度下使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm、輥筒回轉數為 55rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 100 μ m 及篩網距 175 μ m 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 135 μ m 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，將上述所得到的矽石粉末在未進行鍛燒下施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 50 μ m 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氬，一邊藉由以 300℃ 之溫度保持 12 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 實施例 3 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.020\mu\text{m}$ 、比表面積為 $90\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 13mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 30rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 $10\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氮，一邊以 300°C 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.5mm 、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $400\mu\text{m}$ 及篩網距 $550\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $484\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，將上述所得到的矽石粉末在未進行鍛燒下施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $200\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表

面所附著之微粉末沒有爲止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200℃ 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 實施例 4 >

首先，相對於四氯化矽 1mol，準備相當於 70.5mol 量之超純水。將準備好的超純水置入於容器內，在氬氣氛下，將溫度維持 35℃ 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯化矽後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度爲 150rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 300℃ 之溫度使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙爲 0.9mm、輥筒回轉數 20rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 800 μm 及篩網距 1000 μm 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 爲 927 μm 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，藉由與實施例 1 爲經由相同之步驟，將上述所得到的矽石粉末在未進行鍛燒下施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 600

μm 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氫，一邊藉由以 300°C 之溫度保持 24 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 1 >

首先，相對於四氯化矽 1mol ，準備相當於 55.6mol 量之超純水。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯化矽後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 150rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 15L/min 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 18 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm 、輥筒回轉數 50rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $100\mu\text{m}$ 及篩網距 $175\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $136\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，藉由與實施例 1 為經由相同之步驟，對於上述所得到的矽石粉末施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器

中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $50\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200°C 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 2 >

首先，相對於四氯化矽 1mol ，準備相當於 55.6mol 量之超純水。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯化矽後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 150rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 15L/min 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 18 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm 、輥筒回轉數 50rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $50\mu\text{m}$ 及篩網距 $150\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $113\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，藉由與實施例 1 為經由相同之步驟，對於上述所得到的矽石粉末施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $35\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200°C 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 3 >

首先，對於四甲氧矽烷 1mol 準備超純水 1mol 、乙醇 1mol 。將準備好的超純水、乙醇置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 60°C 一邊攪拌，一邊添加四甲氧矽烷使水解。在添加四甲氧矽烷攪拌 60 分鐘後，相對於四甲氧矽烷 1mol 更添加 25mol 之超純水，持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 100rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊以 200°C 溫度下使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm 、輥筒回轉數為 55rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $75\mu\text{m}$ 及篩網距 $150\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $126\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，藉由與實施例 1 為經由相同之步驟，對於上述所

得到的矽石粉末施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $50\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氫，一邊藉由以 300°C 之溫度保持 12 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 4 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.020\mu\text{m}$ 、比表面積為 $90\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 13mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 30rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 300°C 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.5mm 、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $350\mu\text{m}$ 及篩網距 $550\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $440\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示

之條件，藉由與實施例 1 為經由相同之步驟，對於上述所得到的矽石粉末施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $250\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200°C 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 5 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.020\mu\text{m}$ 、比表面積為 $90\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 13mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 30rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 300°C 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.5mm 、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $400\mu\text{m}$ 及篩網距 $600\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $480\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，藉由與實施例 1 為經由相同之步驟，對於上述所得到的矽石粉末施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $200\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200°C 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 6 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.020\mu\text{m}$ 、比表面積為 $90\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 13mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 30rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.5mm 、輥筒回轉數為 40rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $400\mu\text{m}$ 及篩網距 $625\mu\text{m}$ 之震動篩

進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $492\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，藉由與實施例 1 為經由相同之步驟，對於上述所得到的矽石粉末施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $200\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氬，一邊藉由以 250°C 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 7 >

首先，相對於四氯化矽 1mol ，準備相當於 55.6mol 量之超純水。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯化矽後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 150rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 15L/min 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 18 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 1.0mm 、輥筒回轉數 75rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距

800 μm 及篩網距 1200 μm 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 937 μm 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，藉由與實施例 1 為經由相同之步驟，對於上述所得到的矽石粉末施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 700 μm 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氬，一邊藉由以 250 $^{\circ}\text{C}$ 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 8 >

首先，相對於四氯化矽 1mol，準備相當於 55.6mol 量之超純水。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25 $^{\circ}\text{C}$ 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯化矽後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 150rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 15L/min 之流量流通氬，一邊以 200 $^{\circ}\text{C}$ 之溫度使乾燥 48 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.8mm、輥筒

回轉數 50rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $700\mu\text{m}$ 及篩網距 $1000\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $855\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 1 所示之條件，藉由與實施例 1 為經由相同之步驟，對於上述所得到的矽石粉末施予球狀化處理，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $600\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將已洗淨之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 $10\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氮，一邊藉由以 200°C 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 9 >

首先，相對於四氯化矽 1mol ，準備相當於 55.6mol 量之超純水。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯化矽後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 150rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 $15\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 18 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒

壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm 、輥筒回轉數 50rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $50\mu\text{m}$ 及篩網距 $150\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $100\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

最後，將已粉碎的粉末置入於鍛燒用容器，並將此鍛燒用容器投入鍛燒爐中，鍛燒爐內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 1200°C 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。將此未施予球狀化處理之矽石粉末作為比較例 9。

< 比較例 10 >

首先，對於四甲氧矽烷 1mol 準備超純水 1mol 、乙醇 1mol 。將準備好的超純水、乙醇置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 60°C 一邊攪拌，一邊添加四甲氧矽烷使水解。在添加四甲氧矽烷攪拌 60 分鐘後，相對於四甲氧矽烷 1mol 更添加 25mol 之超純水，持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 100rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊以 200°C 溫度下使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.6mm 、輥筒回轉數為 100rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $550\mu\text{m}$ 及篩網距 $650\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $590\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

最後，將已粉碎的粉末置入於鍛燒用容器，並將此鍛燒用容器投入鍛燒爐中，鍛燒爐內一邊以 10L/min 之流量流通氫，一邊藉由以 1200℃ 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。將此未施予球狀化處理之矽石粉末作為比較例 10。

< 比較例 11 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.020\mu\text{m}$ 、比表面積為 $90\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol，準備超純水 13mol。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25℃ 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 30rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 300℃ 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.9mm、輥筒回轉數為 150rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $850\mu\text{m}$ 及篩網距 $950\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $895\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

最後，將已粉碎的粉末置入於鍛燒用容器，並將此鍛燒用容器投入鍛燒爐中，鍛燒爐內一邊以 10L/min 之流量流通氫，一邊藉由以 1200℃ 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。將此未施予球狀化處理之矽石粉末作為比較例 11。

[表 1]

	矽石粉末			球狀化處理條件					
	原料	平均粒徑 D50[μm]		高周波 周波數 [MHz]	高周波 輸出 A [kW]	Ar 氣流量 [L/min]	氧流量 [L/min]	原料粉末 供給速度 B [kg/hr]	A/B [W·hr/kg]
		鍛燒前	鍛燒後						
實施例1	四氯化矽	127	—	3	90	65	35	9.2	9.8×10^3
實施例2	四甲氧矽烷	135	—	3	100	60	55	11.8	8.5×10^3
實施例3	熱解矽石	484	—	2	120	90	65	17.2	7.0×10^3
實施例4	四氯化矽	927	—	2	180	110	130	52.4	3.4×10^3
比較例1	四氯化矽	136	—	5	140	65	125	10.5	1.3×10^4
比較例2	四氯化矽	113	—	5	120	70	140	42.6	2.8×10^3
比較例3	四甲氧矽烷	126	—	5	100	35	65	40.2	2.5×10^3
比較例4	熱解矽石	440	—	4	70	25	75	24.1	2.9×10^3
比較例5	熱解矽石	480	—	4	70	25	35	2.7	2.6×10^4
比較例6	熱解矽石	492	—	4	40	25	55	14.3	2.8×10^3
比較例7	四氯化矽	937	—	2	40	20	20	2.8	1.4×10^4
比較例8	四氯化矽	855	—	2	40	20	55	14.4	2.8×10^3
比較例9	四氯化矽	100	—	—	—	—	—	—	—
比較例10	四甲氧矽烷	590	—	—	—	—	—	—	—
比較例11	熱解矽石	895	—	—	—	—	—	—	—

< 實施例 5 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.020\mu\text{m}$ 、比表面積為 $90\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 13mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 30rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 300°C 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自

乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2 mm 、輥筒回轉數為 50 rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $100\mu\text{m}$ 及篩網距 $175\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $132\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1300°C 、72 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $91\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $50\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20 L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 100°C 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 實施例 6 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.007\mu\text{m}$ 、比表面積為 $300\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 25mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氬氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 50rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 $20\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氬，一邊以 300°C 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm 、輥筒回轉數為 50rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $100\mu\text{m}$ 及篩網距 $175\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $136\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1200°C 、72 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $95\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $50\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氫，一邊藉由以 200°C 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 實施例 7 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.012\mu\text{m}$ 、比表面積為 $200\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 7mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 30°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 50rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 48 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.5mm 、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $375\mu\text{m}$ 及篩網距 $575\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $461\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1100°C 、72 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為

322 μm 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 100 μm 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 120 $^{\circ}\text{C}$ 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 實施例 8 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 0.030 μm 、比表面積為 50 m^2/g 之熱解矽石 1mol，準備超純水 8mol。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 30 $^{\circ}\text{C}$ 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 40rpm。

接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 250℃ 之溫度使乾燥 48 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.9mm、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 800 μ m 及篩網距 1000 μ m 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 895 μ m 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1400℃、72 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 625 μ m 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 200 μ m 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流

通氮，一邊藉由以 400°C 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 實施例 9 >

首先，相對於四氯化矽 1mol ，準備相當於 60mol 量之超純水。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯化矽後持續攪拌 4 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 250rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm 、輥筒回轉數 150rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $200\mu\text{m}$ 及篩網距 $100\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $143\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1250°C 、48 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $98\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到

的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 50 μm 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 15L/min 之流量流通氬，一邊藉由以 400℃ 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 實施例 10 >

首先，對於四甲氧矽烷 1mol 準備超純水 0.5mol、乙醇 0.5mol。將準備好的超純水、乙醇置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 60℃ 一邊攪拌，一邊添加四甲氧矽烷使水解。在添加四甲氧矽烷攪拌 120 分鐘後，相對於四甲氧矽烷 1mol 更添加 20mol 之超純水，持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 150rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 250℃ 溫度下使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm、輥筒回轉數為 60rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 75 μm 及篩網距 250 μm 之震動篩進行

分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $132\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1350°C 、48 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $91\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $50\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，乾燥機內一邊以 $5\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氮，一邊藉由以 400°C 之溫度保持 6 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 12 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.020\mu\text{m}$ 、比表面積為 $90\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 13mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 30°C 一邊

攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 30rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 300℃ 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm、輥筒回轉數為 80rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 75 μ m 及篩網距 175 μ m 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 132 μ m 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1280℃、72 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 92 μ m 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 50 μ m 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氫，一邊藉由以 200℃ 之溫度保持 24 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 13 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.007\mu\text{m}$ 、比表面積為 $300\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol，準備超純水 25mol。將準備好的超純水置入於容器內，在氫氣氛下，將溫度維持 25℃ 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 50rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氫，一邊以 300℃ 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm、輥筒回轉數為 40rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $75\mu\text{m}$ 及篩網距 $175\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $139\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1200℃、72 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $97\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體

之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 50 μm 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200℃ 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 14 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 0.007 μm 、比表面積為 300 m^2/g 之熱解矽石 1mol，準備超純水 25mol。將準備好的超純水置入於容器內，在氬氣氛下，將溫度維持 25℃ 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 50rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氬，一邊以 300℃ 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整

成輥筒間隙為 0.2mm 、輥筒回轉數為 50rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $100\mu\text{m}$ 及篩網距 $200\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $146\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1300°C 、24 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $102\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $50\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 5L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 350°C 之溫度保持 12 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 15 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.007\mu\text{m}$ 、比表面積為 $300\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 25mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氬氣氛下，將溫度維持 25°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 3 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 50rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 $20\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氬，一邊以 300°C 之溫度使乾燥 12 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm 、輥筒回轉數為 60rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $75\mu\text{m}$ 及篩網距 $175\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $132\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1250°C 、49 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $99\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器

中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $50\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 $5\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氮，一邊藉由以 350°C 之溫度保持 12 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 16 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.012\mu\text{m}$ 、比表面積為 $200\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 7mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 30°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 50rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 $20\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 48 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.4mm 、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $350\mu\text{m}$ 及篩網距 $500\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $456\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1100°C 、72 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $9\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 100 μm 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氬，一邊藉由以 200℃ 之溫度保持 24 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 17 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 0.012 μm 、比表面積為 200 m^2/g 之熱解矽石 1mol，準備超純水 7mol。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 30℃ 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 50rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾

乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊以 250℃ 之溫度使乾燥 48 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.4mm、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 375 μ m 及篩網距 525 μ m 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 442 μ m 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1200℃、24 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 308 μ m 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 100 μ m 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氬，一邊藉由以 250℃ 之溫度保持 48 小時，得到合成非

晶質矽石粉末。

< 比較例 18 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 $0.030\mu\text{m}$ 、比表面積為 $50\text{m}^2/\text{g}$ 之熱解矽石 1mol ，準備超純水 8mol 。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 30°C 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 40rpm 。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 $10\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氮，一邊以 250°C 之溫度使乾燥 48 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.9mm 、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 $700\mu\text{m}$ 及篩網距 $1000\mu\text{m}$ 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 $891\mu\text{m}$ 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1400°C 、72 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $623\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石

粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 150 μm 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氬，一邊藉由以 250℃ 之溫度保持 48 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 19 >

首先，相對於平均粒徑 D_{50} 為 0.030 μm 、比表面積為 50 m^2/g 之熱解矽石 1mol，準備超純水 8mol。將準備好的超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 30℃ 一邊攪拌，一邊添加熱解矽石。在添加熱解矽石後持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 40rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 250℃ 之溫度使乾燥 48 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.9mm、輥筒回轉數為 30rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 700 μm 及篩網距 1000 μm 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 877 μm 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1300°C 、48 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 $614\mu\text{m}$ 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 $200\mu\text{m}$ 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 $10\text{L}/\text{min}$ 之流量流通氬，一邊藉由以 200°C 之溫度保持 24 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 20 >

首先，對於四氯化矽 1mol 準備相當於 60mol 量之超純水。將此超純水置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 30°C 一邊攪拌，一邊添加四氯化矽使水解。在添加四氯

化矽後持續攪拌 4 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 250rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊以 250℃ 溫度下使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm、輥筒回轉數為 150rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 75 μ m 及篩網距 200 μ m 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 144 μ m 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1250℃、48 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 101 μ m 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 50 μ m 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200℃ 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

< 比較例 21 >

首先，對於四甲氧矽烷 1mol 準備超純水 1mol、乙醇 1mol。將準備好的超純水、乙醇置入於容器內，在氮氣氛下，將溫度維持 60℃ 一邊攪拌，一邊添加四甲氧矽烷使水解。在添加四甲氧矽烷攪拌 60 分鐘後，相對於四甲氧矽烷 1mol 更添加 25mol 之超純水，持續攪拌 6 小時，使生成矽石質之凝膠。此時，攪拌速度為 100rpm。接著，將上述矽石質凝膠移至乾燥用容器中，將此送入乾燥機內，乾燥機內一邊以 20L/min 之流量流通氮，一邊以 200℃ 溫度下使乾燥 24 小時，得到乾燥粉。將此乾燥粉自乾燥機中取出，使用輥筒壓碎機進行粉碎。此時以調整成輥筒間隙為 0.2mm、輥筒回轉數為 60rpm 予以進行。將粉碎後的乾燥粉以篩網距 75 μ m 及篩網距 200 μ m 之震動篩進行分級，得到平均粒徑 D_{50} 為 136 μ m 之矽石粉末。

將上述已造粒的粉末置入於石英製容器，在大氣氣氛下進行 1250℃、48 小時之鍛燒，得到平均粒徑 D_{50} 為 95 μ m 的矽石粉末。

接著，使用如圖 5 所示之裝置 30，使用以下表 2 所示之條件，對於上述鍛燒後所得到的矽石粉末施予球狀化處

理。具體為首先，自裝置 30 之氣體導入管 38 將作動氣體之氬導入，外加高周波於電漿炬 31，使產生電漿。於電漿安定後，將氧徐徐導入使產生氬-氧電漿。將上述所得到的矽石粉末由原料供給管 37 投入於氬-氧電漿中，使矽石粉末熔融，使成為熔體之粒子落下，藉由回收部 33 將落下之粒子進行回收，得到已球狀化之矽石粉末 41。

球狀化處理後，將上述粉末與超純水置入於洗淨容器中，進行超音波洗淨。超音波洗淨進行後，以篩網距 50 μm 之濾網過濾。重複進行此操作直到矽石粉末之粒子表面所附著之微粉末沒有為止。

最後，將洗淨後之粉末置入於乾燥用容器，將此乾燥用容器投入乾燥機內，乾燥機內一邊以 10L/min 之流量流通氮，一邊藉由以 200℃ 之溫度保持 36 小時，得到合成非晶質矽石粉末。

[表 2]

	矽石粉末			球狀化處理條件					
	原料	平均粒徑 D50[nm]		高周波 周波數 [MHz]	高周波 輸出 A [kW]	Ar 氣流量 [L/min]	氧流量 [L/min]	原料粉末 供給速度 B [kg/hr]	A/B [W·hr/kg]
		鍛燒前	鍛燒後						
實施例 5	熱解矽石	132	91	4	90	70	35	9.2	9.8×10^3
實施例 6	熱解矽石	136	95	4	100	60	55	12.7	7.9×10^3
實施例 7	熱解矽石	461	322	5	120	90	65	20.3	5.9×10^3
實施例 8	熱解矽石	895	625	5	180	110	130	55.4	3.2×10^3
實施例 9	四氯化矽	143	98	4	100	60	55	10.6	9.4×10^3
實施例 10	四甲氧矽烷	132	91	4	100	60	60	10.8	9.3×10^3
比較例 12	熱解矽石	132	92	4	120	55	110	10.4	1.2×10^4
比較例 13	熱解矽石	139	97	4	120	70	130	41.5	2.9×10^3
比較例 14	熱解矽石	146	102	3	90	35	60	36.2	2.5×10^3
比較例 15	熱解矽石	132	99	3	60	25	75	21.1	2.8×10^3
比較例 16	熱解矽石	456	319	4	40	25	30	1.7	2.4×10^3
比較例 17	熱解矽石	442	308	4	40	30	40	13.6	2.9×10^3
比較例 18	熱解矽石	891	623	2	30	25	20	2.2	1.4×10^4
比較例 19	熱解矽石	877	614	2	30	15	50	11.3	2.7×10^3
比較例 20	四氯化矽	144	101	4	120	55	125	43.1	2.8×10^3
比較例 21	四甲氧矽烷	136	95	4	120	55	125	45.6	2.6×10^3

對於由實施例 1～10 及比較例 1～21 所得到的粉末，藉由以下所述之方法，測定平均粒徑 D_{50} 、BET 比表面積、理論比表面積、BET 比表面積/理論比表面積、真密度、粒子內空間率、圓形度及未熔解率。此等之結果如以下表 3 或表 4 所示。

(i) 平均粒徑 D_{50} ：將藉由雷射折射散亂式粒子分布測定裝置（型式名：HORIBA LA-950）所測定之體積基準之粒子分布之中央值，以測定 3 次來算出此平均值。

(ii) BET 比表面積：使用測定裝置 (QUANTACHROME AUTOSORB-1 MP) 以 BET3 點法來測定。BET3 點法為自相對於相對壓力 3 點之氮吸著量求得斜率 A，由 BET 式求得比表面積值。氮吸著量之測定以 150℃、60 分鐘之條件下進行。

(iii) 理論比表面積：在以下式 (1) 中，將 D 假定為粉末之平均粒徑 D_{50} 、 ρ 假定為真密度 2.2 g/cm^3 ，由以下式 (2) 所算出。

$$\text{理論比表面積} = 6 / (D \times \rho) \quad (1)$$

$$\text{粉末之理論比表面積} = 2.73 / D_{50} \quad (2)$$

(iv) BET 比表面積 / 理論比表面積：由上述測定出的比表面積及理論比表面積所算出。

(v) 真密度：依據 JIS R7212 碳塊之測定方法 (d) 真比重測定，進行 3 次真密度測定，算出此平均值。

(vi) 粒子內空間率：將所得到的粉末埋入樹脂中，將其研磨使顯現出粉末剖面。藉由 SEM (掃描型電子顯微鏡) 觀察粉末剖面。對於 50 個粉末粒子，將粒子之剖面積，與如果在粒子內有空間時測定其空間之面積，由以下式 (4) 所算出。

$$\text{粒子內空間率} = \text{粒子內空間總面積} / \text{粒子剖面總面積} \quad (4)$$

(vii) 圓形度：使用如圖 6 所示之粒度・形狀分布測定器 (股份有限公司 SEISHIN 企業 PITA-1) 測定 2 次，算出此平均值。具體為首先，使粉末分散於液體中，將此液體流入平面伸張流動晶胞 51 中。將 200 個在平面伸張

流動晶胞 51 內移動之粉末粒子 52，使用接物鏡 53 以畫像記錄，由此記錄畫像及以下式（3）算出圓形度。式（3）中，S 示為在已攝影記錄畫像中粒子投影圖之面積，L 示為粒子投影圖之周長。將如此般所算出 200 個粒子之平均值作為粉末之圓形度。

$$\text{圓形度} = 4\pi S / L^2$$

(3)

（viii）未熔解率：在前述 200 個粉末粒子之粒子投影圖，如圖 8 所示，算出所含有稜角之粉末粒子之比例。

[表 3]

	平均 粒徑 D50 [μm]	BET 比表面積 [m ² /g]	理論 比表面積 [m ² /g]	BET比表面積/ 理論比表面積	真密度 [g/cm ³]	粒子內 空間率	圓形度	未熔解度
實施例 1	96	0.039	0.028	1.39	2.19	0.01	0.74	0.26
實施例 2	106	0.037	0.026	1.42	2.17	0.02	0.71	0.29
實施例 3	374	0.011	0.007	1.57	2.15	0.03	0.61	0.43
實施例 4	714	0.007	0.004	1.75	2.12	0.04	0.56	0.56
比較例 1	105	0.034	0.026	1.31	2.18	0.01	0.74	0.24
比較例 2	89	0.056	0.031	1.81	2.12	0.04	0.53	0.56
比較例 3	97	0.039	0.028	1.39	2.05	0.05	0.74	0.28
比較例 4	345	0.012	0.008	1.50	2.16	0.08	0.67	0.35
比較例 5	374	0.010	0.007	1.43	2.18	0.02	0.77	0.26
比較例 6	374	0.012	0.007	1.71	2.13	0.04	0.41	0.49
比較例 7	714	0.006	0.004	1.50	2.15	0.03	0.75	0.15
比較例 8	654	0.007	0.004	1.75	2.11	0.05	0.55	0.62
比較例 9	70	0.142	0.039	3.64	2.19	0.01	—	—
比較例 10	412	0.019	0.007	2.71	2.20	0.01	—	—
比較例 11	627	0.017	0.004	4.25	2.18	0.02	—	—

[表 4]

	平均 粒徑 D50 [μm]	BET 比表面積 [m^2/g]	理論 比表面積 [m^2/g]	BET比表面積/ 理論比表面積	真密度 [g/cm^3]	粒子內 空間率	圓形度	未熔解度
實施例 5	99	0.039	0.028	1.39	2.20	0.01	0.74	0.26
實施例 6	105	0.037	0.026	1.42	2.19	0.02	0.70	0.35
實施例 7	348	0.013	0.008	1.63	2.16	0.03	0.60	0.45
實施例 8	688	0.007	0.004	1.75	2.11	0.05	0.52	0.56
實施例 9	108	0.035	0.025	1.40	2.20	0.01	0.71	0.25
實施例10	101	0.039	0.027	1.44	2.20	0.01	0.72	0.25
比較例12	105	0.034	0.026	1.31	2.18	0.01	0.74	0.28
比較例13	107	0.047	0.026	1.81	2.12	0.04	0.54	0.30
比較例14	112	0.033	0.024	1.38	2.04	0.05	0.71	0.29
比較例15	109	0.037	0.025	1.48	2.17	0.07	0.66	0.33
比較例16	351	0.011	0.008	1.38	2.18	0.03	0.80	0.26
比較例17	349	0.014	0.008	1.75	2.14	0.04	0.41	0.54
比較例18	685	0.006	0.004	1.50	2.16	0.03	0.70	0.22
比較例19	675	0.007	0.004	1.75	2.12	0.05	0.51	0.63
比較例20	114	0.034	0.024	1.42	2.15	0.03	0.71	0.29
比較例21	118	0.033	0.023	1.43	2.16	0.02	0.68	0.48

< 評價 1 >

將以實施例 1~10 及比較例 1~21 所得到粉末之雜質濃度，使用以下 (1)~(5) 之方法分析或測定。其結果如以下表 5 或表 6 所示。

(i) Na, K, Ca, Fe, Al, P: 將粉末以氟化氫酸及硫酸加熱分解，於加熱凝縮後使用稀硝酸製作定容液體。對於此定容液體，藉由感應耦合電漿質譜分析儀（型式名

： SII NanoTechnology SPQ9000) 進行分析。

(ii) B : 將粉末以氟化氫酸加熱分解，於加熱凝縮後使用超純水製作定容液體。對於此定容液體，藉由感應耦合電漿質譜分析儀（型式名：SII NanoTechnology SPQ9000）進行分析。

(iii) C : 添加作為助燃劑之鐵、鎢、錫於粉末中，以氧氣氛下使用高周波爐燃燒-紅外線吸收法（型式名：HORIBA EMIA-920V）進行分析。

(iv) C1 : 將超純水混合於合成非晶質矽石粉末中，在超音波下使 C1 浸出。藉由離心分離機將合成非晶質矽石粉末與浸出液分離，將浸出液以離子色層分析（型式名：DIONEX DX-500）進行分析。

(v) OH : 使用傅立葉轉換型紅外線分光分析計（型式名：Thermo Fisher Nicolet 4700FT-IR），藉由 3660cm^{-1} 附近之波峰高度進行測定。

[表 5]

	粉末之雜質濃度 [wtppm]									
	Na	K	Ca	Fe	Al	B	C	P	Cl	OH
實施例 1	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	2	42
實施例 2	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	5	<0.01	<1	54
實施例 3	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	2	58
實施例 4	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	3	50
比較例 1	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	6	61
比較例 2	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	3	<0.01	5	62
比較例 3	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	8	<0.01	<1	65
比較例 4	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	4	59
比較例 5	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	6	63
比較例 6	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	6	73
比較例 7	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	5	71
比較例 8	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	5	70
比較例 9	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	9	97
比較例 10	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	11	<0.01	<1	83
比較例 11	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	5	<0.01	7	115

由表 5 明確可知，實施例 1~4 之粉末，相較於比較例 1~11 之粉末，在高溫及減壓下之可能造成合成矽石玻璃製品中氣泡之產生或膨脹原因之可能成為氣體成分之羥基及碳濃度相對為低。

[表 6]

	粉末之雜質濃度 [wtppm]									
	Na	K	Ca	Fe	Al	B	C	P	Cl	OH
實施例 5	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	44
實施例 6	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	51
實施例 7	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	62
實施例 8	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	49
實施例 9	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	3	47
實施例 10	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	3	<0.01	<2	46
比較例 12	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	62
比較例 13	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	67
比較例 14	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	58
比較例 15	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	65
比較例 16	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	74
比較例 17	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	71
比較例 18	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	72
比較例 19	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	<2	100
比較例 20	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	<2	<0.01	2	83
比較例 21	<0.01	<0.01	0.05	0.1	0.1	<0.01	2	<0.01	<2	114

由表 6 明確可知，使四氯化矽在液中反應，並將其所得到者作為原料之合成非晶質矽石粉末，碳濃度未滿 2ppm；將由有機系矽化合物所得到者作為原料之合成非晶質矽石粉末，氯濃度未滿 2ppm；將熱解矽石作為原料之合成非晶質矽石粉末，碳濃度未滿 2ppm，且氯濃度未滿 2ppm。

< 比較試驗及評價 2 >

使用以實施例 1~10 及比較例 1~21 所得到的粉末，分別製造長 20mm×寬 20mm×高 40mm 之長方體方塊材，評價方塊材中產生之氣泡個數。此結果如以下表 7 或表 8 所示。具體為在碳坩鍋中置入粉末，將此在 $2.0 \times 10^4 \text{ Pa}$ 真空氣氛下以碳纖維加熱器加熱至 2200°C ，藉由保持 48 小時以製造方塊材。將此方塊材在 $5.0 \times 10^2 \text{ Pa}$ 真空氣氛下以 1600°C 之溫度進行 48 小時之熱處理。熱處理後，在方塊材之高 20mm 位置切出 20mm×20mm 之方形剖面，並進行研磨，評價為自方塊材表面（剖面）以深 2mm、寬 2mm 之領域所觀察到氣泡之個數。

< 比較試驗及評價 3 >

在直徑 16 英吋的石英坩鍋製造用模具中填充入天然石英粉約 8mm、實施例 1~10 及比較例 1~21 所得到粉末分別約 2.5mm。在模具之中心軸上，在距模具之底面上方 400mm 之位置（與模具上端面為同一程度）配置電極先端部，以設置電弧電極。將模具一邊以指定速度使其回轉，一邊在電弧電極通以 200kw 之電力 5 分鐘，將石英粉熔融。接著，將電弧電極下降 200mm，以相同電力通電 8 分鐘，將模具內底部中央附近之石英重點性加熱，通電中由模具側進行 6 分鐘之減壓。

將所得到的石英坩鍋切斷，進行剖面研磨。對於由實施例 1~10 及比較例 1~21 得到的粉末所形成的非晶質矽

石層，由石英坩鍋上端 10cm 部分之厚度分別以顯微鏡進行測定。此等之結果如以下表 7 或表 8 所示。尚，在表 7 或表 8，非晶質矽石層之厚度以越接近 2.5mm 為宜。

[表 7]

	評價	
	氣泡數 [個]	非晶質矽石層厚度 [mm]
實施例 1	47	1.7
實施例 2	53	1.8
實施例 3	56	1.8
實施例 4	60	2.0
比較例 1	43	0.6
比較例 2	93	1.8
比較例 3	115	1.6
比較例 4	98	1.2
比較例 5	37	0.5
比較例 6	108	1.8
比較例 7	18	0.4
比較例 8	97	1.9
比較例 9	98	1.8
比較例 10	85	1.8
比較例 11	117	1.5

由表 7 明確可知，使用實施例 1~4 之粉末所製造的方塊，相較於使用未施予球狀化處理之比較例 9~11 之粉末所製造的方塊時，所產生之氣泡數大幅度降低。

又，將實施例 1~4 與比較例 1~8 做比較時，不論是否均有施予球狀化處理，相較於比較例 2~4、比較例 6

、8，可得知實施例 1～4 所產生之氣泡數大幅度降低。另一方面，相較於實施例 1～4，雖然比較例 1、5、7 之氣泡數大幅度降低，但非晶質矽石層之厚度極薄，無法形成所希望厚度之非晶質矽石層。

[表 8]

	評價	
	氣泡數 [個]	非晶質矽石層厚度 [mm]
實施例 5	34	1.7
實施例 6	40	1.8
實施例 7	49	1.9
實施例 8	52	2.0
實施例 9	36	1.7
實施例 10	38	1.7
比較例 12	32	0.6
比較例 13	86	1.9
比較例 14	95	1.7
比較例 15	84	1.84
比較例 16	26	0.5
比較例 17	96	1.8
比較例 18	36	0.4
比較例 19	85	1.7
比較例 20	96	1.7
比較例 21	98	1.8

由表 1～表 8 明確可知，將使用在球狀化處理前以指定條件進行鍛燒之實施例 5～10 之粉末所製造的方塊，與使用未進行鍛燒之實施例 1～4 之粉末所製造之方塊做比

較時，相對於非晶質矽石層之厚度，所產生之氣泡數更為降低。

又，將實施例 5～8 與比較例 13～15、17、19、將實施例 9 與比較例 20、將實施例 10 與比較例 21 做比較時，不論是否均有施予球狀化處理，相較於分別的比較例 13～15、17、19、比較例 20、比較例 21，可得知實施例 5～8、實施例 9、實施例 10 所產生之氣泡數大幅度降低。另一方面，將比較例 12、16、18 與實施例 5～8 做比較時，雖然氣泡數大幅度降低，但非晶質矽石層之厚度極薄，無法形成所希望厚度之非晶質矽石層。由此可知，本發明之合成非晶質矽石粉末之氣泡之產生或膨脹之降低效果非常高，且成形性優異，適合作為用於合成矽石玻璃製品之原料。

〔產業利用性〕

本發明之合成非晶質矽石粉末，為被使用於作為在製造半導體用途之單晶製造時所使用之坩鍋或治具類等合成矽石玻璃製品之原料。

【圖式簡單說明】

[圖 1]顯示本發明第 1 實施型態之合成非晶質矽石粉末之代表性粉末粒子之照片圖。

[圖 2]顯示本發明第 2 實施型態之合成非晶質矽石粉末之代表性粉末粒子之照片圖。

[圖 3]顯示本發明第 1 實施型態之合成非晶質矽石粉末之製造步驟之程序流程圖。

[圖 4]顯示本發明第 2 實施型態之合成非晶質矽石粉末之製造步驟之程序流程圖。

[圖 5]藉由熱電漿之球狀化裝置之概略剖面圖。

[圖 6]粒度・形狀分布測定器之概略圖。

[圖 7]顯示未施予球狀化處理之代表性矽石粉末粒子之照片圖。

[圖 8]顯示有陵角的矽石粉末粉末粒子之一例之照片圖。

【主要元件符號說明】

30：裝置

31：電漿炬

32：反應室

33：回收部

34：石英管

36：高周波誘導線圈

37：原料供給管

38：氣體導入管

39：氣體排氣口

40：電漿

41：矽石粉末

51：平面伸張流動晶胞

52 : 粉 末 粒 子

53 : 接 物 鏡

七、申請專利範圍：

1. 一種合成非晶質矽石粉末，其係將已造粒的矽石粉末施予球狀化處理後，經洗淨、乾燥所到平均粒徑 D_{50} 為 $50 \sim 1000 \mu\text{m}$ 之合成非晶質矽石粉末，其特徵為

前述球狀化步驟為將高周波輸出 (W) 作為 A、矽石粉末之供給速度 (kg/hr) 作為 B 時，將 A/B (W · hr/kg) 之值以調整成為 3.0×10^3 以上、未滿 1.0×10^4 般來進行，

將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20 \text{ g/cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下。

2. 如申請專利範圍第 1 項之合成非晶質矽石粉末，其係將前述已造粒的矽石粉末鍛燒後，已施予前述球狀化處理之合成非晶質矽石粉末；其中，為碳濃度未滿 2ppm 或氮濃度未滿 2ppm 之任何一方，或滿足其雙方。

3. 如申請專利範圍第 2 項之合成非晶質矽石粉末，其中，前述已造粒的矽石粉末為將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末，其碳濃度未滿 2ppm。

4. 如申請專利範圍第 2 項之合成非晶質矽石粉末，其中，前述已造粒的矽石粉末為將有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末，其氮濃

度未滿 2ppm。

5. 如申請專利範圍第 2 項之合成非晶質矽石粉末，其中，前述已造粒的矽石粉末為使用熱解矽石（fumed silica）使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級所得到的矽石粉末，其碳濃度未滿 2ppm、氮濃度未滿 2ppm。

6. 一種合成非晶質矽石粉末之製造方法，其特徵為依序含有以下之步驟：使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到矽石粉末之造粒步驟、與

以指定之供給速度將前述造粒步驟所得到的矽石粉末投入於以指定之流量導入氬而以指定之高周波輸出產生電漿之電漿炬內，以由 2000℃ 至二氧化矽之沸點之溫度進行加熱使熔融之藉由熱電漿之球狀化步驟、與

將前述球狀化步驟後之球狀化矽石粉末表面所附著之微粉除去之洗淨步驟、與

將前述洗淨步驟後之矽石粉末乾燥之乾燥步驟；

將前述球狀化步驟之氬之流量調整為 50L/min 以上，且將高周波輸出（W）作為 A、矽石粉末之供給速度（kg/hr）作為 B 時，將 A/B（W·hr/kg）之值以調整成為 3.0×10^3 以上、未滿 1.0×10^4 般來進行，

得到平均粒徑 D_{50} 為 50~1000 μ m、將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 2.10~2.20g/cm³、粒子內

空間率為 0~0.05、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下之合成非晶質矽石粉末。

7. 如申請專利範圍第 6 項之合成非晶質矽石粉末之製造方法，其中，前述造粒步驟為將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 10~3000 μm 之矽石粉末之步驟。

8. 如申請專利範圍第 6 項之合成非晶質矽石粉末之製造方法，其中，前述造粒步驟為將有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 10~3000 μm 之矽石粉末之步驟。

9. 如申請專利範圍第 6 項之合成非晶質矽石粉末之製造方法，其中，前述造粒步驟為使用熱解矽石使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 10~3000 μm 之矽石粉末之步驟。

10. 一種合成非晶質矽石粉末之製造方法，其特徵為依序含有以下之步驟：使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到矽石粉末之造粒步驟、與

將前述造粒步驟所得到的矽石粉末以 800~1450℃ 之溫度進行鍛燒之鍛燒步驟、與

以指定之供給速度將前述鍛燒步驟所得到的矽石粉末

投入於以指定之流量導入氫而以指定之高周波輸出產生電漿之電漿炬內，以由 2000°C 至二氧化矽之沸點之溫度進行加熱使熔融之藉由熱電漿之球狀化步驟、與

將前述球狀化步驟後之球狀化矽石粉末表面所附著之微粉除去之洗淨步驟、與

將前述洗淨步驟後之矽石粉末乾燥之乾燥步驟；

將前述球狀化步驟之氫之流量調整為 50L/min 以上，且將高周波輸出（ W ）作為 A 、矽石粉末之供給速度（ kg/hr ）作為 B 時，將 A/B （ $W \cdot \text{hr/kg}$ ）之值以調整成為 3.0×10^3 以上、未滿 1.0×10^4 般來進行，

得到平均粒徑 D_{50} 為 $50 \sim 1000\mu\text{m}$ 、將 BET 比表面積除以由平均粒徑 D_{50} 所計算出的理論比表面積之值為超過 1.35 但為 1.75 以下、真密度為 $2.10 \sim 2.20\text{g/cm}^3$ 、粒子內空間率為 $0 \sim 0.05$ 、圓形度為 0.50 以上 0.75 以下及未熔解率為較 0.25 為大但為 0.60 以下，為碳濃度未滿 2ppm 或氯濃度未滿 2ppm 之任何一方，或滿足其雙方之合成非晶質矽石粉末。

11. 如申請專利範圍第 10 項之合成非晶質矽石粉末之製造方法，其中，前述造粒步驟若為將四氯化矽水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000\mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟時，所得到的合成非晶質矽石粉末之碳濃度未滿 2ppm。

12. 如申請專利範圍第 10 項之合成非晶質矽石粉末

之製造方法，其中，前述造粒步驟若為將有機系矽化合物水解使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟時，所得到的合成非晶質矽石粉末之氯濃度未滿 2ppm 。

13. 如申請專利範圍第 10 項之合成非晶質矽石粉末之製造方法，其中，前述造粒步驟若為使用熱解矽石使生成矽石質之凝膠，將此矽石質之凝膠乾燥做成乾燥粉，將此乾燥粉粉碎後，藉由分級而得到平均粒徑 D_{50} 為 $10 \sim 3000 \mu\text{m}$ 之矽石粉末之步驟時，所得到的合成非晶質矽石粉末碳濃度未滿 2ppm 、氯濃度未滿 2ppm 。

圖 1

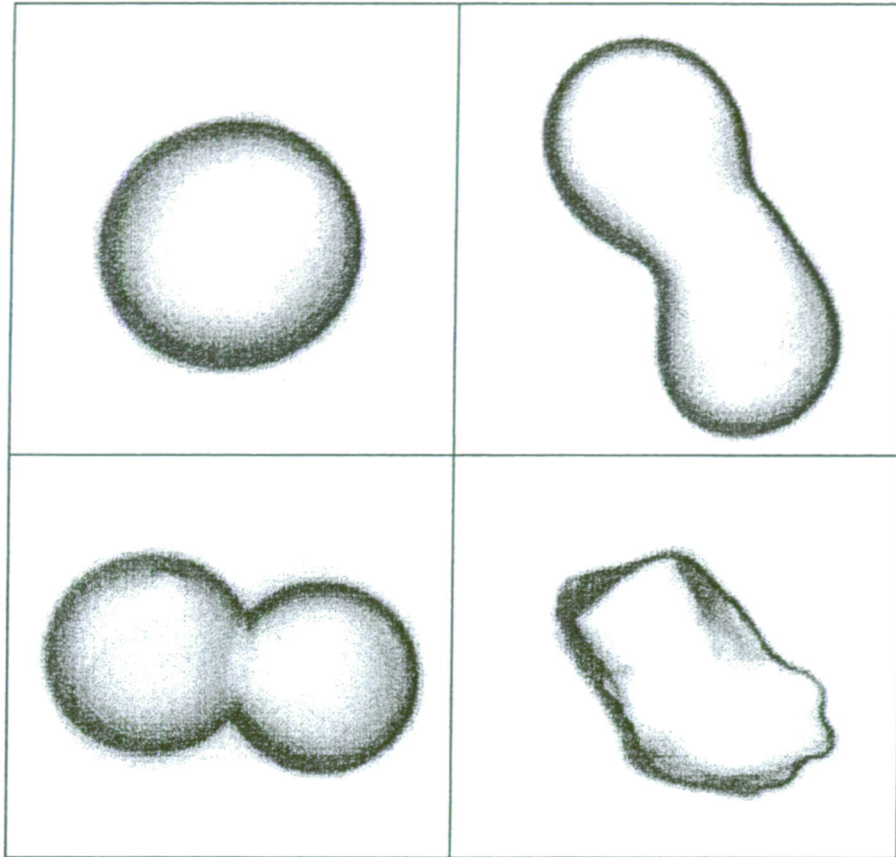


圖2

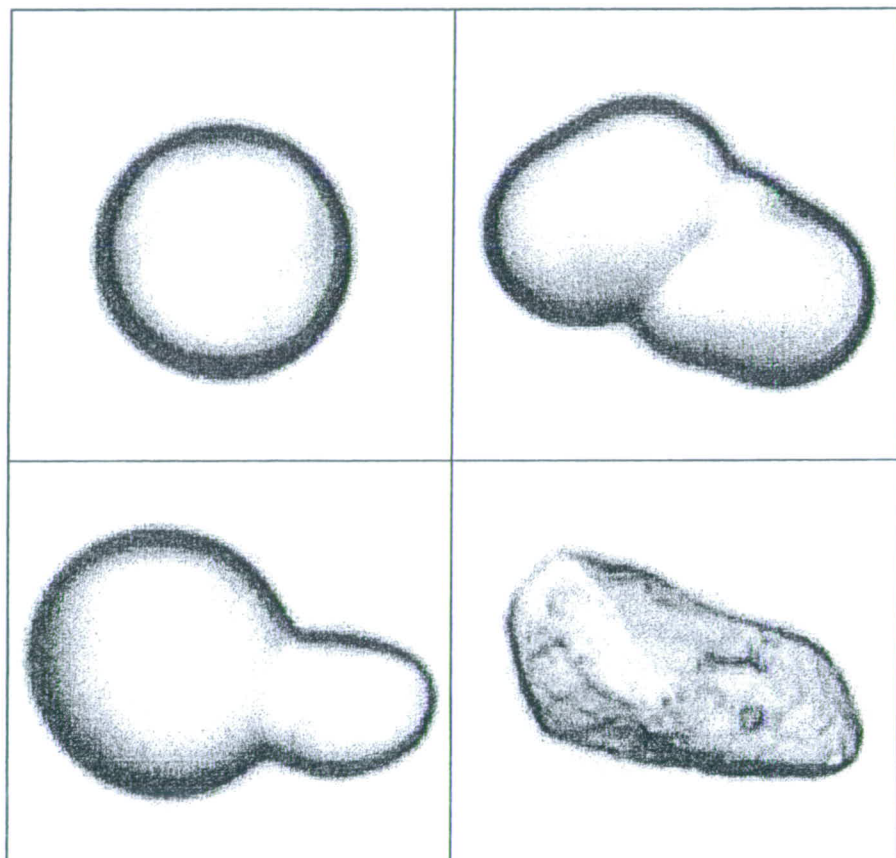


圖3

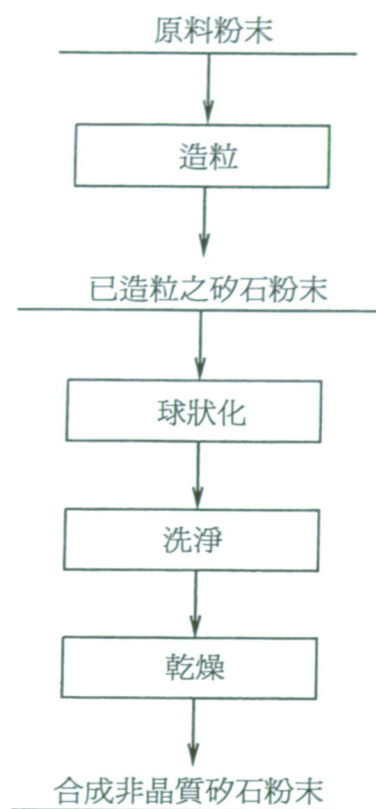


圖 4

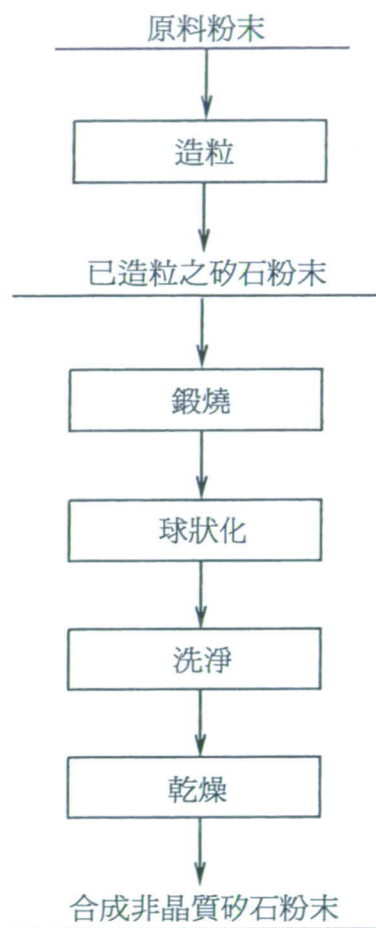


圖5

30

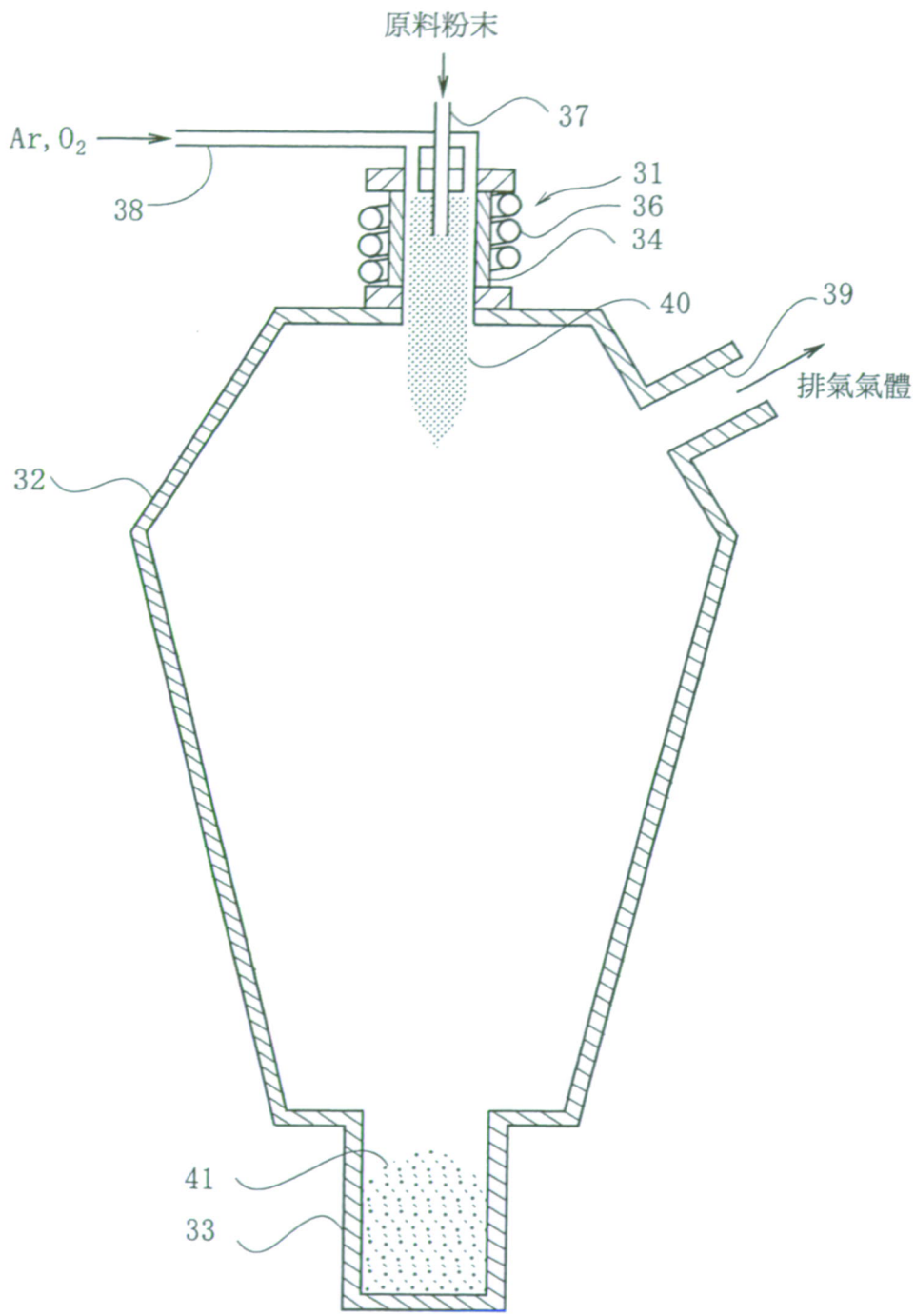


圖6

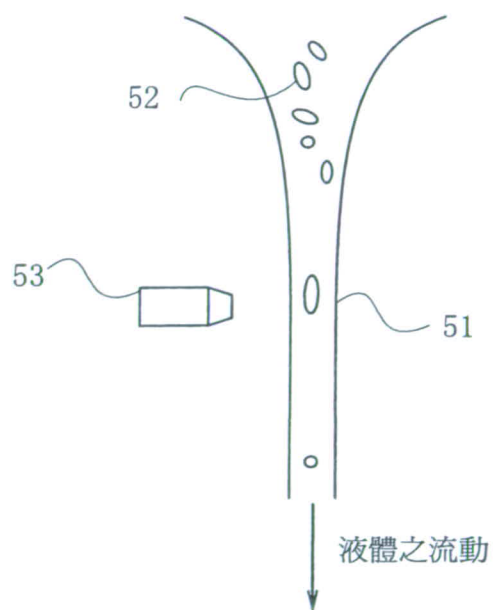


圖 7



圖 8

